

☐ Generate Collection

L5: Entry 11 of 12

File: DWPI

Jul 11, 1990

DERWENT-ACC-NO: 1990-256503

DERWENT-WEEK: 199034

COPYRIGHT 2002 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Acrylic pressure sensitive adhesive for tapes, labels, etc. - comprises acrylic resin aziridine cpd. and mono:hydroxy organic solvent

PATENT-ASSIGNEE: SEKISUI CHEM IND CO LTD (SEKI)

PRIORITY-DATA: 1988JP-0335124 (December 28, 1988)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 02178379 A	July 11, 1990		000	

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DATE	APPL-NO	DESCRIPTOR
JP02178379A	December 28, 1988	1988JP-0335124	

INT-CL (IPC): C09J 133/00

ABSTRACTED-PUB-NO: JP02178379A

BASIC-ABSTRACT:

An acrylic pressure sensitive adhesive comprises: (A) acrylic resin; (B) aziridine cpd.; and (C) monohydroxy organic solvent.

Pref. (A) is obtd. by copolymerising a mixt. comprising pref. at least 50 wt.% of 4-12C alkyl acrylate(s), functional monomer(s) selected from (meth)acrylic acid, itaconic acid, 2-hydroxyethyl methacrylate, and acrylamide, and the rest of the copolymerisable monomer(s). Examples of (B) are N,N'-hexamethylene-1,6 bis(1-aziridinecarb oxyamide), trimethylolpropane-tri-beta-aziridinypropionate, and bisisophthaloyl-1-(2-methylaziridine). A suitable amt. of (B) is 0.001-1 wt.% of (A). (C) is at least one monohydroxy alcohol like methanol, ethanol, isopropanol, n-propanol, and n-butanol. A suitable amt. of (C) is at least 1 wt.% of the solvent.

USE/ADVANTAGE - The acrylic pressure sensitive adhesive is suitable for mfg. pressure sensitive adhesive labels, tapes and sheets. it crosslinks fast even at a lower temp. and so the prodn. cost can be reduced. The crosslinked adhesive is stable during storage without viscosity increase and gelation due to excessive crosslinking. So, the pot life can be extended notably. The obtd. pressure sensitive adhesive tape shows stabilised adhesive properties and keeps strong cohesion even at a high temp.

ABSTRACTED-PUB-NO: JP02178379A

EQUIVALENT-ABSTRACTS:

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

DERWENT-CLASS: A14 A81 G03

CPI-CODES: A04-F01A1; A08-C09; A08-S02; A12-A01; A12-A05B1; G03-B02D1; G03-B04;

⑫ 公開特許公報(A) 平2-178379

⑤ Int. Cl.⁵
C 09 J 133/00識別記号
JDC庁内整理番号
7921-4J

⑬ 公開 平成2年(1990)7月11日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全5頁)

⑭ 発明の名称 アクリル系感圧接着剤

⑯ 特 願 昭63-335124

⑰ 出 願 昭63(1988)12月28日

⑱ 発 明 者 長 野 基 大阪府堺市浜寺諏訪森町西4丁357番地
 ⑱ 発 明 者 吉 成 英 二 大阪府豊中市上新田2丁目11番3号
 ⑱ 発 明 者 丸 山 博 和 大阪府堺市新金岡町1丁3番19号
 ⑲ 出 願 人 積水化学工業株式会社 大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号

明 細 書

1. 発明の名称

アクリル系感圧接着剤

2. 特許請求の範囲

1. アクリル樹脂に、アジリジン化合物とモノヒドロキシ有機溶剤とを配合してなることを特徴とするアクリル系感圧接着剤。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明はラベル、テープ、シート等に使用されるアクリル系感圧接着剤に関する。

(従来の技術)

アクリル系感圧接着剤は、接着性、耐候性、耐久性等に優れているので、従来の天然ゴム、合成ゴム系に代わって使用されつつある。

ところが、このアクリル系感圧接着剤は、粘着力には優れているが、一般に凝集力に劣り、高い剪断応力に耐えられないという欠点を有している。また、このアクリル系感圧接着剤を用いてラベル、シート等を作成した場合には、打ち抜き適性に劣

ったり、感圧接着剤がラベル、シートの周囲からしみ出す等の欠点があった。

そこで、従来このような欠点を解消するために、メラミン化合物、イソシアネート化合物、金属イオン、エポキシ化合物等の架橋剤を配合して凝集力を高めることが提案されている。

(発明が解決しようとする課題)

上記架橋剤のうちメラミン化合物やエポキシ化合物を用いた場合には、一般に反応性に劣るため架橋反応にかなりの高温と長時間を必要とし生産性が低下するものであり、また金属イオンを架橋剤として用いた場合には、得られた感圧接着剤の高温時の凝集力に劣る等の問題が残されていた。

イソシアネート化合物を架橋剤として用いた場合には、イソシアネート化合物は水分の影響を受け易いために、架橋の程度がばらついて感圧接着剤の粘着物性が不安定になるという欠点があった。

そこで、上記以外の架橋剤として、アジリジン化合物をアクリル樹脂の架橋剤として用いることも提案されている。しかし、アジリジン化合物は

反応性が非常に高く直ちに架橋が進むため、アジリジン化合物を配合した場合には、感圧接着剤が経時で増粘もしくはゲル化して使用できなくなるという欠点があった。

本発明は上記の欠点を解決するためになされたものであり、その目的とするところは、低温、短時間で架橋反応を行わせることができ生産性を上げることができ、また高温時の凝集力にも優れており、さらに水分の影響を受けることがなくて粘着物性が安定している上に、保管中に増粘もしくはゲル化することのないアクリル系感圧接着剤を提供することにある。

(課題を解決するための手段)

本発明者らは、溶剤系アクリル系感圧接着剤の架橋剤としてアジリジン化合物を使用するにあたり、モノヒドロキシ有機溶剤とともに配合することにより、架橋が異常に進行して増粘もしくはゲル化するのを防止できるとの知見を得て本発明を完成するに至ったものである。

すなわち、本発明のアクリル系感圧接着剤は、

らを共重合させてもよい。主モノマーはアクリル樹脂に対して50重量%以上含有されるのが好ましく、アクリル樹脂の含有量が50重量%未満の場合にはアクリル樹脂の粘着力が低下する傾向にある。

上記官能モノマーとしては、アクリル酸、メタクリル酸、イタコン酸、フマル酸、マレイン酸等のカルボン酸含有モノマーや、2-ヒドロキシエチルメタクリレート、2-ヒドロキシエチルアクリレート、2-ヒドロキシブチルメタクリレート等の水酸基含有モノマーや、アクリルアミド、メタクリルアミド、N-メチロールアクリルアミド、アクリトニトリル等があげられる。

この発明において用いられるアジリジン化合物としては、N,N'-ヘキサメチレン-1,6ビス(1-アジリジンカーボキシアミド)、トリメチルプロパン-トリ-β-アジリジニルプロピオネート、ビスイソフタロイル-1-(2-メチルアジニジン)等があげられる。アジリジン化合物は、一般にイソシアネート化合物、エポキシ化合物、メラミン化合物よりも少量で高い架橋効果を有しているので、アジ

アクリル樹脂に、アジリジン化合物とモノヒドロキシ有機溶剤とを配合してなることを特徴としており、そのことにより上記目的が達成される。

本発明のアクリル系感圧接着剤において、アクリル樹脂は、炭素数4~12のアルキル基を持つアクリル酸アルキルエステルからなる主モノマーと、官能基を有する官能モノマーとを共重合させて得ることができる。

上記主モノマーとしては、例えばブチルアクリレート、イソブチルアクリレート、ヘキシルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、ノニルアクリレート、オクチルアクリレート、ラウリルアクリレート等があげられる。また、必要に応じてメチルアクリレート、エチルアクリレート、イソプロピルアクリレート、メチルメタクリレート、エチルメタクリレート、2-エチルヘキシルメタクリレート、ステアリルアクリレート、ステアリルメタクリレート等の(メタ)アクリルモノマーや、スチレン、α-メチルスチレン、酢酸ビニル等のビニルモノマーも使用することができ、これ

リジン化合物の配合量は、上記アクリル樹脂100重量部に対し、0.001~1重量部が好ましい。アジリジン化合物の配合量が0.001重量部より少ないと十分な架橋の効果が期待できず、1重量部を超えると、固くなり過ぎて粘着物性が損なわれる傾向にある。

本発明に用いられるモノヒドロキシ有機溶剤としては、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール、n-プロピルアルコール、n-ブタノール、t-ブチルアルコール、ヘキサノール、ヘプタノール、オクタノール等のモノアルコールがあげられ、これら1種あるいは2種以上を併用することができる。特に、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール、n-プロピルアルコール、n-ブタノールは乾燥条件が容易であり、エネルギーコスト等が比較的が低く、また臭気等作業環境等の点から好ましい。

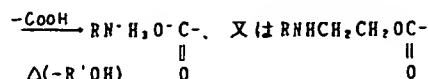
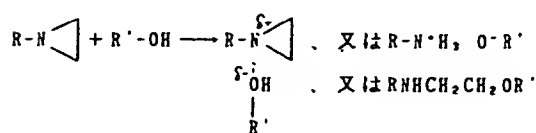
上記モノヒドロキシ有機溶剤の配合量は、他の溶剤とモノヒドロキシ有機溶剤とを合わせた総量の1重量%以上が好ましく、モノヒドロキシ有機

溶剤の配合量が1重量%未満では水酸基の量が充分でなく、得られる感圧接着剤の経時の粘度が増加し易く、ポットライフが短くなる。

本発明のアクリル系感圧接着剤には、上記モノヒドロキシ有機溶剤以外に他の溶剤が配合されてもよい。この溶剤としては、この種感圧接着剤に用いられる公知のものが使用され、例えば酢酸エチル、トルエン、シクロヘキサン等があげられる。また、本発明のアクリル系感圧接着剤には、石油樹脂、テルペン樹脂、クマロン-インデン樹脂、フェノール樹脂のような粘着付与剤、酸化防止剤、各種着色剤、老化防止剤、充填剤等の公知の添加剤が配合されていてもよい。

しかして、アクリル樹脂にアジリジン化合物とモノヒドロキシ有機溶剤とを配合することにより、アクリル系感圧接着剤の経時の増粘を抑えることができる。この理由は明確ではないが、下式で示されるように、アジリジン化合物とアクリル樹脂のカルボン酸との反応による架橋が異常に進むのを、モノヒドロキシ有機溶剤の水酸基がアジリジ

ン化合物に配位または反応することによって防止されるためと考えられる。



本発明のアクリル系感圧接着剤を製造するには、上記アクリル系主モノマーを50重量%以上と官能モノマーと溶剤とを混合し、この混合液に過酸化物等の硬化促進剤を配合して主モノマーと官能モノマーとを共重合させた後、得られるアクリル樹脂の樹脂溶液に、アジリジン化合物とモノヒドロキシ有機溶剤とを配合するものである。アジリジン化合物とモノヒドロキシ有機溶剤は樹脂溶液に同時に添加してもよく、あるいは先にアジリジン化合物を添加して架橋反応を行わせた後、所定粘

度に達した後でモノヒドロキシ有機溶剤を添加してもよく、またモノヒドロキシ有機溶剤を樹脂溶液に予め添加しておき、次いでアジリジン化合物を添加してもよい。

(実施例)

以下に、本発明の実施例を説明する。

なお、部数は全て重量部を表し、表中の部数は樹脂100重量部に対する重量部を表す。

実施例1～4

アクリル樹脂の組成

n-ブチルアクリレート	87部
酢酸ビニル	10部
アクリル酸	3部
n-ドデシルメルカプタン	0.05部

冷却管を付けた反応容器に酢酸エチル60部と上記各材料をそれぞれ仕込み、昇温して10分間還流させて酸素を追い出した。次に、過酸化ベンゾイルの酢酸エチル希釈溶液(0.5部/3.7部)を滴下し、還流下で5時間反応させた後、さらに過酸化ベンゾイルの酢酸エチル希釈溶液(0.3部/3部)を滴下

し、2時間の熟成を行った。このようにして得られた樹脂溶液の固形分は59.5%、粘度は2万cps/20℃であった。

この樹脂溶液に表1に示す溶剤及びアジリジン化合物を配合し混合し、アクリル系感圧接着剤を得た。得られたアクリル系感圧接着剤を厚さ25μmのポリエステルフィルム上に転写法にて塗布厚が25μmになるように塗工した後、80℃で3分間乾燥してテープを作成した。

次に、得られたテープの各種粘着物性及び経時の粘度変化の測定結果を表1に示す。なお、表中に示す物性の測定条件は以下に示す通りであり、測定に供したテープは塗工後40℃×24時間放置したものをを用いた。

粘着力: JIS Z0237に準じてSUS-304にテープを15mm幅で貼り合わせ、20分後の180°剥離強度を測定した。引っ張り速度は300mm/minとした。

保持力: JIS Z0237に準じてSUS-304にテープを20×20mmで貼り合わせ、40℃の恒温槽内に放置した状態で1Kgの荷重をかけ、1時間後のテープの

ずれ（もしくは落下時間）を測定した。

ボールタック：J.Dow法に準じて測定し（20℃）、x/32インチで表示した。

粘度変化：架橋剤を配合する前、架橋剤を配合し、得られたアクリル系感圧接着剤を20℃の恒温室に放置して1日経過した後、7日経過した後の粘度をそれぞれ測定した（BM型、ローター3）。
比較例1、2

実施例1で得られた樹脂溶液に、表1に示す溶剤及びアジリジン化合物を配合して反応させた以外は、実施例1と同様にしてアクリル系感圧接着剤を得、得られた感圧接着剤を用いて実施例1と同様にしてテープを作成し、テープの各物性を測定した。結果を表1に示す。

実施例5～8

アクリル樹脂の組成

n-ブチルアクリレート	69.2部
2-エチルヘキシルアクリレート	30部
アクリル酸	0.5部
2-ヒドロキシエチルメタクリレート	0.5部

アクリル樹脂の組成を上記のように変えた以外は、実施例1と同様にして固形分59.7%、粘度2万cps/20℃の樹脂溶液を得た。

この樹脂溶液に表2に示す溶剤及びアジリジン化合物を添加して混合してアクリル系感圧接着剤を得、この感圧接着剤を用いて実施例1と同様にしてテープを作成し、テープの各物性を測定した。結果を表2に示す。

比較例3、4

実施例5で得られた樹脂溶液に、表2に示す溶剤及びアジリジン化合物を配合した以外は、実施例1と同様にしてアクリル系感圧接着剤を得、得られた感圧接着剤を用いて実施例1と同様にしてテープを作成し、テープの各物性を測定した。結果を表2に示す。

（以下余白）

表1

		実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	比較例1	比較例2
溶 剤	種類 部数（注1）	エタノール 12.5	イソプロピルアルコール 12.5	エタノール 30	エタノール 30	トルエン 12.5	酢酸エチル 12.5
アジリジン	種類 部数（注2）	BDU 0.1	BDU 0.1	TAZM 0.02	BIA 0.05	BDU 0.1	TAZM 0.02
粘着物性	SP粘着力(g/15mm) 保持力(20×20mm) ボールタック	450 0.0mm 17	440 0.0mm 17	420 0.0mm 18	460 0.1mm 17	440 0.0mm 17	430 0.0mm 17
経時粘度	アジリジン配合前 1日後 7日後	6000 6000 6100	7000 7200 7200	4000 4200 4300	2000 2100 2100	6000 15000 7%化	6500 7%化

注1：アクリル樹脂100重量部に対する重量部を表す

注2：アクリル樹脂100重量部に対する重量部を表す

BDU：N,N'-ヘキサメチレン-1,6-ビス（1-アジリジニカルボキシアミド）

TAZM：トリメチロールプロパン・トリ・β-アジリジニルプロピオネート

BIA：ビス イソフタロイル-1-（2-メチルアジリジン）

表 2

		実施例 5	実施例 6	実施例 7	実施例 8	比較例 3	比較例 4
溶 剤	種類 部数 (注 1)	イタノール 12.5	メタノール 12.5	イタノール 20	イタノール 12.5	トリエチル 12.5	酢酸エチル 12.5
アジリジン	種類 部数 (注 2)	HOU 0.05	HOU 0.05	HDEI 0.01	HOU 1.5	TAZM 0.02	HOU 0.05
粘着物性	SP粘着力 (g/15mm) 保持力 (20×20mm) ギヤッチ	440 0.0mm 16	440 0.0mm 17	420 0.0mm 17	80 0.0mm 8	430 0.0mm 17	420 0.0mm 17
経時粘度	アジリジン配合前 1 日後 7 日後	6000 6100 6200	6300 6500 6500	3500 3600 3800	6000 10000 18000	6000 7%化	6500 10000 24000

注 1 : アクリル樹脂100重量部に対する重量部を表す

注 2 : アクリル樹脂100重量部に対する重量部を表す

HDEI: N,N'-ジフェニルメタン-4,4'-ビス (1-アジリジンカルボキシアミド)

(発明の効果)

このように、本発明はアクリル樹脂に、アジリジン化合物とモノヒドロキシ有機溶剤とを配合しているので、架橋が過度に進行して増粘もしくはゲル化するのを防止することができ、比較的低温かつ短時間で架橋反応を行わせることができ、生産性を高め、また生産コストを低減することができる。また、増粘もしくはゲル化することの防止してポットライフを長くすることができる。さらに、高温時の凝集力にも優れており、また水分の影響を受けることもなくて粘着物性が安定している。

以上

出願人 積水化学工業株式会社

代表者 廣田 馨